

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55-104740

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 21/35

識別記号

府内整理番号  
7458-2G

⑭ 公開 昭和55年(1980)8月11日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 8 頁)

⑬ 脂肪含有試料中の脂肪定量法

⑭ 特 願 昭54-157517

⑭ 出 願 昭54(1979)12月6日

優先権主張 ⑬ 1978年12月6日 ⑭ デンマーク  
(DK) ⑭ 5516/78

⑬ 1979年7月3日 ⑭ デンマーク  
(DK) ⑭ 2814/79

⑭ 発明者 シュテン・アンダーセン・ネクセ  
デンマーク国デーケー-3460ビルケロイド・シユテーン・ブリ

チエルスベイ 8

⑭ 発明者 ヘンリク・ラストラブ・アンダーセン

デンマーク国デーケー-2770カストラブ・ベスター・マリ・アレ38

⑭ 出願人 アクティーゼルスカブ・エヌ・フオス・エレクトリック  
デンマーク国デーケー-3400ビルロイド・スランゲラブガーデ  
69

⑭ 代理人 弁理士 青木朗 外3名

明細書

1. 発明の名称

脂肪含有試料中の脂肪定量法

2. 特許請求の範囲

1. 炭素-水素飽和結合の特性吸収帯で試料の赤外吸収を測定する、赤外吸収技術による、脂肪含有試料中の脂肪定量法。

2. 炭素-水素結合の赤外特性吸収を測定する波長が3.35～3.51μmの帯域である、特許請求の範囲第1項記載の脂肪定量法。

3. 炭素-水素結合の赤外特性吸収帯の半値幅が約3.5nmである、特許請求の範囲第1または2項記載の脂肪定量法。

4. 炭素-水素結合の赤外特性吸収帯の波長範囲が3.475～3.51μmである、特許請求の範囲第3項記載の脂肪定量法。

5. 赤外吸収を二つの異なる波長、すなわちその一つは炭素-水素結合の特性吸収帯、他の一つは隣接する参照波長で測定する、特許請求の範囲第1ないし4項のいずれかに記載の脂肪定量法。

6. 前記参照波長が3.51～4.00μmの範囲である、特許請求の範囲第5項記載の脂肪定量法。

7. 前記参照波長が3.51～3.60μmの範囲である、特許請求の範囲第6項記載の脂肪定量法。

8. 測定結果に影響する、試料中の他の成分からの望ましくない影響を補償する、特許請求の範囲第1ないし7項のいずれかに記載の脂肪定量法。

9. 炭素-水素飽和結合を有する、試料中の他の成分からの望ましくない影響を補償する、特許請求の範囲第8項記載の脂肪定量法。

10. 試料中の他の成分が望ましくない影響の補償は前記他の成分の濃度を測定しあり前に設定した前記他の成分の濃度と測定結果に与える影響との関係にもとづいて、測定結果に与える他の成分の影響を補償する、特許請求の範囲第9項記載の脂肪定量法。

11. 前記試料が液体試料である、特許請求の範囲第1ないし10項のいずれかに記載の脂肪定量法。

12. 前記試料が脂肪-水乳濁液である、特許

(1)

特

(2)

請求の範囲第11項記載の脂肪定量法。

13. 前記試料が乳または乳製品である、特許請求の範囲第12項記載の脂肪定量法。

14. 前記乳濁液中の脂肪粒の平均体積が多くとも  $1.4 \times 10^{-9} \mu \text{liter}$  である、特許請求の範囲第12項記載の脂肪定量法。

15. 前記乳濁液中の脂肪粒の平均体積が多くとも  $4 \times 10^{-9} \mu \text{liter}$  である、特許請求の範囲第14項記載の脂肪定量法。

### 3. 発明の詳細を説明

本発明は脂肪含有試料中の脂肪含量の定量法に係る。

公知のごとく、脂肪含有試料、特に乳製品の脂肪含量を赤外吸収技術によって定量する、乳中の脂肪定量用の赤外吸収法および装置は、たとえば J. D. S. Goulden: 英国特許第989617号; J. D. S. Goulden: J. Sci. Food Agric., 7, 609 (1956); J. D. S. Goulden: Nature, 191, 905 (1961); J. D. S. Goulden: J. Dairy Res., 31, 273 (1964);

(3)

図

試料の変化のごとき原因で変化し、この変化が赤外吸収法の有用性を削弱し、かつ特定期域の当局がこの方法の受容を制限する深刻な問題を提起する。このように脂肪の組成が変化するので、乳の赤外分析を化学的標準法に対して頻繁に校正する必要がある。

本発明によって、上記のごとく脂肪組成の変化およびこれにもとづく不利を伴なりことなしに、脂肪含有試料中の脂肪を正確に赤外吸収定量することができる。

本発明によって、炭素-水素飽和結合の特性吸収帯において試料の赤外吸収を測定して、脂肪含有試料中の脂肪含量を定量することができる。発明者の知る限りでは、炭素-水素飽和結合の特性吸収帯における赤外吸収にもとづく試料中の脂肪含量の定量は従来示唆されていなかった。上記参考例、たとえば J. D. S. Goulden: J. Sci. Food Agric., 7, 609 (1956) において、吸収曲線から炭素-水素飽和結合の特性吸収帯、すなわち約  $3.5 \mu\text{m}$  の特性ピークにおいてバター脂肪の赤外吸収がかかることが知られている。しか

(5)

図

特開昭55-104740(2)

J. D. S. Goulden: J. Soc. Dairy Technol., 17, 28 (1964); R. Grappin, B. Jeunet: Le Lait, 52, 325 (1972); John Shields が1975年11月ニューヨーク大学に提出した学士論文、B. Grappin, R. Jeunet: Le Lait, 56, 498 (1976); R. Grappin, R. Jeunet: Le Lait, 58, 1-16 (1976) 米国特許第3161768号および米国特許出願第931821号に記載されている。

16. 赤外線による脂肪定量の原理は、 $5.73 \mu\text{m}$  のトリグリセライドカルボニルの赤外吸収帯の測定にもとづく。この領域において試料、特に存在する他の成分である蛋白質およびラクトースの特殊な影響はほとんど吸収を示さない程度少ないので、この帯域での吸収を測定して試料中の脂肪分子数を定量することができる。

17. 乳脂の正確な赤外吸収定量法は、測定結果を乳の価格の基礎として使用するので、決定的な重要性を有する。しかしこれによって定量した脂肪の重量百分率は脂肪の化学的組成が季節的変化、

図

(4)

し、どの上記参考例もこの特性吸収帯を脂肪の定量に使用することを示唆していないばかりでなく、脂肪定量には上記トリグリセライドカルボニルの特性吸収帯の使用を推奨している。またたとえば J. D. S. Goulden: Nature, 191, 905 (1961) の教示によれば、 $5.8 \mu\text{m}$  の吸収ピークが好ましく、これはホモジナイズされた乳試料の脂肪球平均粒径が約  $1 \mu\text{m}$  であって、散乱効果を最小にするために  $5 \mu\text{m}$  より大きい波長を選択するからである。

18. 本発明によって、炭素-水素飽和結合の特性吸収帯において測定する赤外吸収による脂肪含量の定量は、脂肪含有試料中の他の有機成分が炭素-水素結合を有し、これが測定値に影響を与えるにも拘らず、標準的な化学的定量と比較した正確度は、上記トリグリセライドカルボニル組合によつて定量した結果より遙かに良好であり、試料中の他の成分からの望ましくない影響を有效地に補償できることが判明した。これは全く驚くべきことである。炭素-水素結合の特性吸収帯で測定した赤

図

(6)

外吸収は試料中の脂肪分子の大きさおよび数に関連する、脂肪分子中の炭素-水素結合の数は実質的に分子の大きさに比例して増加する。従って本発明の方法によれば上記のごとく季節的変化にもとづく脂肪組成の変化によっておきる誤差がないので、正確に定量することができ、かつ装置を頻繁に校正する必要がない。

本発明の方法の他の利益として、試料採取後保存中に生成する遊離脂肪酸があつても、脂肪分子と実質的に定量的に同等に炭素-水素結合の特性吸収帯の測定に寄与するので、脂肪酸は脂肪定量に正確に含まれる。このことは、トリグリセライドカルボニル特性吸収帯を測定する公知の方法が遊離脂肪酸を測定しないのと異なる点である。他方においてたとえば保存条件が適当でないときに試料中の炭水化物が微生物によって劣化して試料中に生ずる乳酸は本発明の方法によって定量した脂肪含量に有意な変化を示さないことが判明した。なお乳酸のカルボニル吸収帯はトリグリセライドカルボニル吸収帯に接近しており、公知の脂肪定

量法ではその影響が著しいので測定値に誤差を生ずる。

本発明の好ましい炭素-水素結合の赤外特性吸収帯は3.45  $\mu\text{m}$  の近くの3.35～3.51  $\mu\text{m}$  の複数長帯であり、典型的には3.475～3.51  $\mu\text{m}$  の帯域、たとえば中心波長が3.49  $\mu\text{m}$  の帯域である。

たとえば乳脂のごとき脂肪を赤外定量する公知の装置は、単波長複セルまたは複波長単セル測定による。複波長系はいくつかの利益を有し、をかでも試料中の水または溶剤の含量の変化を消去し、試料中の散乱効果を補償し、セル内にたまつた汚れを補償する。これらの利益があるので本発明の方法で複波長系を使用することが好ましい。この複波長系は上記John Schieldsの論文およびR. GrappinおよびB. Jeunetの1976の論文に詳細に記載されている。最近進歩した複波長系は、1978年8月7日の米国特許出願第931621号に記載された複波長単セル単光束装置である。

(7)

(8)

本発明の方法において複波長の原理を利用して、炭素-水素結合の特性帯における吸収と同時に、隣接する参照波長において吸収を測定する。この参照波長は3.51～4.00  $\mu\text{m}$  が好ましく、特に3.51～3.60  $\mu\text{m}$  、たとえば中心波長3.56  $\mu\text{m}$  の波長帯が好ましい。そしてこの装置の脱出しを試料波長エネルギー対参照波長エネルギーの比から計算する。公知の複波長法で障害となる一つの問題は、測定すべき脂肪球が十分に微細な大きさまでモジナイズされていないときに散乱補償が十分でなく、これが吸収帯全域にわたって屈折率を変位させることである。上記約3.45  $\mu\text{m}$  の測定帯、および上記3.51～3.60  $\mu\text{m}$  の参照帯で測定するときは、屈折率の変位が有意ではないので、十分に散乱補償することができる。

本発明の脂肪定量を行なう試料は液体試料、原則的にはたとえば適当な溶剤に溶解した溶液または脂肪-水乳濁液とする。試料は脂肪含量を定量すべき物質、たとえば肉、乳粉、チーズ、アイスクリーム、酸味のある乳製品などから調製する。この調製法は液体を試料とする公知の方法を利用する試料が乳、乳製品その他の製品であるときに、試料を装置のセルに導入したときに、粒子を含むと散乱または吸収の影響がもつて赤外測定を妨害するので、これを含まないように調製する。懸濁液または乳濁液であるときに、粒子の平均粒径は典型的に2  $\mu\text{m}$  以下、好ましくは1.2  $\mu\text{m}$  以下とする。これは粒子の平均体積で現わすことがさらに適当であって、多くとも $1.4 \times 10^{-7} \mu\text{m}^3$ 、好ましくは多くとも $4 \times 10^{-7} \mu\text{m}^3$ である。

は約3.5  $\mu\text{m}$  が好ましいが、さらに広い帯幅のフィルタを使用しても優れた結果を得ることを見出した。参照測定用の赤外光の帯幅は特に決定的ではないが、たとえば2.0～1.00  $\mu\text{m}$  またはこれより大きくてよい。

脂肪定量を行なう試料は液体試料、原則的にはたとえば適当な溶剤に溶解した溶液または脂肪-水乳濁液とする。試料は脂肪含量を定量すべき物質、たとえば肉、乳粉、チーズ、アイスクリーム、酸味のある乳製品などから調製する。この調製法は液体を試料とする公知の方法を利用する試料が乳、乳製品その他の製品であるときに、試料を装置のセルに導入したときに、粒子を含むと散乱または吸収の影響がもつて赤外測定を妨害するので、これを含まないように調製する。懸濁液または乳濁液であるときに、粒子の平均粒径は典型的に2  $\mu\text{m}$  以下、好ましくは1.2  $\mu\text{m}$  以下とする。これは粒子の平均体積で現わすことがさらに適当であって、多くとも $1.4 \times 10^{-7} \mu\text{m}^3$ 、好ましくは多くとも $4 \times 10^{-7} \mu\text{m}^3$ である。

(9)

(10)

試料が乳製品であるときは、乳試料を公知のどとく、赤外測定装置に組込んだホモジナイザで微細な粒子とする。

上記波長範囲 3.35 ~ 3.51  $\mu\text{m}$  において、乳中の二つの主要な成分である蛋白質およびラクトースは有意な赤外吸収を示すがこれらの成分の干涉は適当に補償すれば除去できるほど小さい。添付図面は波長範囲 3.3 ~ 3.6  $\mu\text{m}$  における透過スペクトルを、

a) 脂肪 (3.5 % 脂肪を含む乳の、等量の蛋白質およびラクトースを含むスキムミルクに対する複光束差スペクトル)

b) 蛋白質 + ラクトース (スキムミルクの水に対する複光束差スペクトル)

c) ラクトース (5 % ラクトース水溶液の水に対する複光束差スペクトル)

の 3 本の曲線で示す。

三つの場合とも光路長は 3.7  $\mu\text{m}$  であった。注意すべきことはラクトース + 蛋白の曲線およびラクトース曲線はこれらの成分の吸収が問題の波長

(11)

複光束差

対照液状態の比にも依存する。これは溶解および分散によって水置換が相違するためである。

2) 上記選択した波長における赤外吸収スペクトルへの蛋白質およびラクトースによる影響は脂肪測定に干渉する。乳試料中の脂肪およびラクトースによる吸収は、一分子の一つの特性結合のみがラクトースに与える脂肪の影響の原因となるときは単位体積中の分子数、従って赤外吸収によって定量する濃度に大きく依存する。もし蛋白質に与える脂肪の影響もしくは脂肪および蛋白質に与えるラクトースの影響のごとく、一分子の多くの結合が影響するときは、主として单一成分の重量濃度に依存する。

3) 比重の変化による影響は、蛋白質およびラクトースについて等定体積中の分子数のみを赤外吸収測定によって決定するので重要である。従って重量百分率の変化の原因を知るには乳の比重の知識を必要とする。換算すればこの平均的な乳の比重とは異なる比重を有する成分を加えて、多少とも乳の組成を置換することによって乳の比重が

特開昭55-104740(4)  
範囲においておこなわれることである。約 3.5  $\mu\text{m}$  のピークは蛋白質およびラクトースの吸収ピークから十分に離れているので、これらの他の成分からの影響が比較的小さい状態で脂肪の吸収を測定することができ、水の吸収帯からは十分に遠いので水バランスを良好にすることができます。

上記のごとく乳中の蛋白質およびラクトースからの影響は、本発明の方法によって十分に補償することができる。注意すべきことは、脂肪を含有する多成分系試料を、特に懸濁液または乳懸液として測定するときに、次の説明のごとく乳を懸濁液とする脂肪、蛋白質、ラクトースおよび水の成分の間で相互干渉がおきる三つの大きな原因は次のとおりである。

1) 水量換算率は乳の成分が多少とも水を置換えるので、測定した赤外吸収が系の水バランスによって変化することからおきる。この水置換は乳の赤外分析において通常影響を与える。脂肪およびラクトースからの影響はその重量換算率に直接依存するが、蛋白質からの影響は蛋白質の溶解状態

(12)

複光束差

変化する。これに因連して脂肪は同一の重量を置換えるので、脂肪の影響はどちらかといと小さい。脂肪およびラクトースの影響はその濃度に直接依存する。蛋白質の影響は上記 1) に記載するごとく蛋白質の組成に依存するが、一般にこの影響は小さい。

試料中の炭素 - 水素結合を有する他の成分からの影響、換算すれば乳の場合に蛋白質およびラクトースのための補償は、これらの成分の濃度と脂肪測定への干渉との関係をはじめ決定しておき、これにもとづいて行なうことができる。この関係を適当に決定するには、経験的データにもとづく多くの直線的回帰方程式によるか、または干渉相度を決定するために試料に既知量の妨害成分を加えて調製した「人工」試料で検量することができる。原理的に、蛋白質およびラクトースの濃度は適当な方法で定量することができるが、脂肪定量と同一の装置を使用して、上記の米国特許および文献に記載のごとく赤外吸収技術によって定量できる。実際組成物を取扱う適当な方法は、三つの

(13)

複光束差

(14)

複光束差

未知数を含む三つの方程式の系を立てることであり、未知数は脂肪、ラクトースおよび蛋白質の補正された含量であり、既知数はこれらの含量の測定値である。これらの方程式の係数ははじめ校正した天然または「人工」の乳試料について決定する。脂肪定量用装置にはアナログ計算機またはマイクロプロセッサのごとき適当な計算装置を設けて必要な計算を行なう。

本説明の特殊な一面は、波長帯3~4 μm の光を使用するので、通常の赤外管のごとき光源を利用できること、およびこの波長範囲で使用するセル材料は決定的ではなくて、たとえば水を含まないガラスでよい。従って低価格な脂肪の赤外定量装置を製造する可能性を開き、現在する他の成分を特殊な測定に適した固定常数を使用してたとえば蛋白質およびラクトースを補正のために置換えて、正確に補正することができ、このとき4 μm 以上の波長を使用することを必要としない。特に脂肪の日常的定量を行なうのに適する。すなわち実質的に一定な干渉成分を有することが判明して

(15)

特開昭55-104740(5)  
いる試料、典型的な試料としては、蛋白質およびラクトースの含量の変動が小さいことが判明している乳について、脂肪のみを測定し、他の成分については標準化された補正を行なうだけである。

実施例1

装置はA/S N. Rose Electric, Denmark の Milko-Scan 104 を使用した。この装置の原理は上記米国特許出願第931621号および西ドイツ特許出願第28387066号に記載してある。この装置の二つの標準水フィルタの代わりに、中心波長3.478 μm、波長幅7.5 nm のフィルタを一つの試料フィルタとし、また中心波長3.580 μm、波長幅7.5 nm の他のフィルタを参照フィルタとして挿入した。この一組のフィルタを使用して、補正方程式は上記のごとく、  
 $F = F_{u.e} - 0.10 P_{u.e} - 0.23 L_{u.e}$  であることを予め定めておいた。ここで  $F$  は真正脂肪脱出し、 $F_{u.e}$  は未補正脂肪脱出し、 $P_{u.e}$  は未補正蛋白質含量、 $L_{u.e}$  は未補正ラクトース含量であり、すべて重量単位で示す。

(16)

乳試料は30種、すなわち駄乳、スキムミルク、これらの混合物および駄乳とクリームとの混合物であって、すべて供給源が異なり、脂肪含量は0.1~7重量%の範囲で変化しており、これらは0.05重量%クロム酸カリを加えて保存し、40℃に加熱したものを使用し、装置に入れて分析した。各試料の脂肪含量は、Rose-Gottliebの標準方法によっても測定した。相互補正のために使用した蛋白質およびラクトースの測定は同一装置で行なった。相互補正方程式の処理はこの装置のアナログ計算機によって行なった。またこの装置によって、通常の方法であるトリグリセライドカルボニル波長帯における赤外吸収によって脂肪含量を測定した。測定結果を化学分析と比較した標準偏差は、カルボニル波長帯における脂肪含量測定では0.073重量%、本発明の炭素-水素結合の波長帯における脂肪含量では0.025重量%であった。脂肪組成の変化による測定の標準偏差はカルボニル波長帯においては大きいが、炭素-水素結合の波長帯においては、使用した試料の脂肪組

成が大きく変化するにも拘らず、標準方法の再現性に接近していた。

乳のホモジナイジングには、脂肪含量約5重量%の原乳を使用し、装置は標準的な二段階ばね負荷球弁ホモジナイザ Milko-Scan 104 を使用し、第一段階は約120気圧、第二段階は約50気圧、得た平均粒径はほぼ0.9~1 μm であった。圧力を0~250気圧の範囲で変化させて原乳の外部ホモジナイジングを行なったときに脂肪含量脱出しに有意な変化を認めなかった。

実施例2

実施例1の装置を使用して、オランダの種々な乳業者に配達された各48の駄乳試料の22種の脂肪を定量した。測定方法は5.7 μm のカルボニル吸収帯および3.478 μm (次表では3.5 μm と略記)の炭素-水素結合吸収帯において行なった。この装置によって試料の蛋白質およびラクトースの含量も測定し、実施例1と同様に相互補正を行なった。すべての測定は二重に測定した。これとともに試料の脂肪百分率も標準的な Gerber

(17)

(18)

法によって二重に測定した。

得た結果は次表に示す。この表は Gerber 法からの標準偏差 (SD) および Gerber 法からの平均偏差 ( $\bar{A}$ ) を示す。乳試料は保存液を加えて保存した。この試料は保存液の重クロム酸カリウムを大量の食塩で固めて調製したものであった。保存液を 1 錠使用したものと 2 錠使用したものとの間には常に差があることが判明した。次表においてはこの差に対して補正して得た平均偏差を示す。

以下余白

乳業者	脂肪			3.5 $\mu\text{m}$		
	$\bar{A}$	SD	$\bar{A}$	SD	$\bar{A}$	SD
7	+0.047	0.045	-0.049	0.025		
8	+0.071	0.034	-0.046	0.025		
9	+0.045	0.052	-0.057	0.031		
10	+0.080	0.040	-0.072	0.034		
11	+0.059	0.043	-0.053	0.025		
12	+0.067	0.040	-0.048	0.022		
13	+0.048	0.049	-0.057	0.028		
14	+0.059	0.056	-0.056	0.026		
15	+0.040	0.038	-0.063	0.030		
16	+0.052	0.068	-0.066	0.047		

SD of  $\bar{A}$ , 5.7  $\mu\text{m}$ : SD of  $\bar{A}$ , 3.5  $\mu\text{m}$ :  
0.016 0.012

(21)

5  
10  
15  
20  
25

脂肪  
5.7  $\mu\text{m}$  脂肪  
3.5  $\mu\text{m}$  偏差対屈折率の回帰方程式  
(試料数 161)

乳業者	脂肪			3.5 $\mu\text{m}$		
	$\bar{A}$	SD	$\bar{A}$	SD	$\bar{A}$	SD
1	+0.028	0.051	-0.091	0.026	$y = -0.077x + 328$	$y = -0.013x + 056$
2	+0.028	0.053	-0.074	0.026	$y = -0.074x - 025$	$y = -0.069x + 278$
3	+0.042	0.055	-0.066	0.029	$y = -0.092x - 050$	$y = -0.079x + 336$
4	+0.031	0.058	-0.076	0.031	$y = -0.082x - 018$	$y = -0.092x + 391$
5	+0.069	0.036	-0.060	0.029	$y = -0.091x - 052$	$y = -0.063x + 138$
6	+0.036	0.055	-0.067	0.031	$y = -0.056x + 052$	$y = -0.080x + 344$

(20)

各波長に対するすべての上記回帰データを組合せて、次の回帰方程式を得た。すなわち、

$$5.7 \mu\text{m} : y = -0.658x + 2.806$$

$$r = -0.760$$

$$3.5 \mu\text{m} : y = -0.0076x + 0.32$$

$$r = -0.188$$

注意すべき点は、上記データにおいて Gerber 法からの平均偏差は、波長帯 7.5  $\mu\text{m}$  よりも 3.5  $\mu\text{m}$  は偏差が小さく、標準偏差は 0.016 に対して 0.012 である。このため、乳業者が異っても、乳試料について装置を校正し直す必要がない。他方 5.7  $\mu\text{m}$  の測定においては、地域的条件が変化して乳組成に相違があるのでこのような校正を頻繁に行なう必要がある。さらに注意すべき点は、Gerber 法からの標準偏差は 5.7  $\mu\text{m}$  での測定よりも 3.5  $\mu\text{m}$  での測定でははるかに小さいことである。偏差対屈折率の回帰から、屈折率に対する依存度は 3.5  $\mu\text{m}$  測定では 5.7  $\mu\text{m}$  測定よりも極めて小さいことである。このように相関係数および傾斜が極めて小さいことより、Gerber 法から

の偏差は屈折率に実質的に依存しないことを示し、この結果は極めて満足すべきものである。

さらに注意すべきことは、上表に示す数値はびんに充填した試料の塩濃度の変化による変化を含んでおり、本発明の方法と Gerber 法との間の平均偏差にもとづく標準偏差は、この塩濃度への依存度を光学フィルタによって最小としたときでも、恐らくはより小さいであろう。このフィルタは特にこの目的に適したものであって、帯域が 3.5 μm の程度のより狭いものである。

本発明によって行なう測定に与える試料の保存期間の影響を決定するために、10か所の農場から配達された新鮮な牛乳に4種の保存剤を入れて試験した。これらの保存剤は塩化水銀、重クロム酸カリウム、ナトリウムアソトおよび塩化水銀とナトリウムアソトとの混合物であった。各40個の試料の25組を7つおよび14つで保存したものと25日の期間において試験した。この試料について上記と同様に測定を行ない、すべての測定は二重に測定した。

(23)

図は波長範囲 3.3 ~ 3.6 μm における特性透過スペクトルのグラフである。

a … 脂肪 (3.5 % 脂肪を含む乳の、等量の蛋白質およびラクトースを含むスキムミルクに対する複光束差スペクトル)

b … 蛋白質 + ラクトース (スキムミルクの、水に対する複光束差スペクトル)

c … ラクトース (5 % ラクトース水溶液の、水に対する複光束差スペクトル)

#### 特許出願人

アクティーゼルスカプ エタ ファス エレクトリック

#### 特許出願代理人

弁理士 菅 木 明

弁理士 西 鮎 和 之

弁理士 寺 田 重

弁理士 山 口 昭 之

(25)

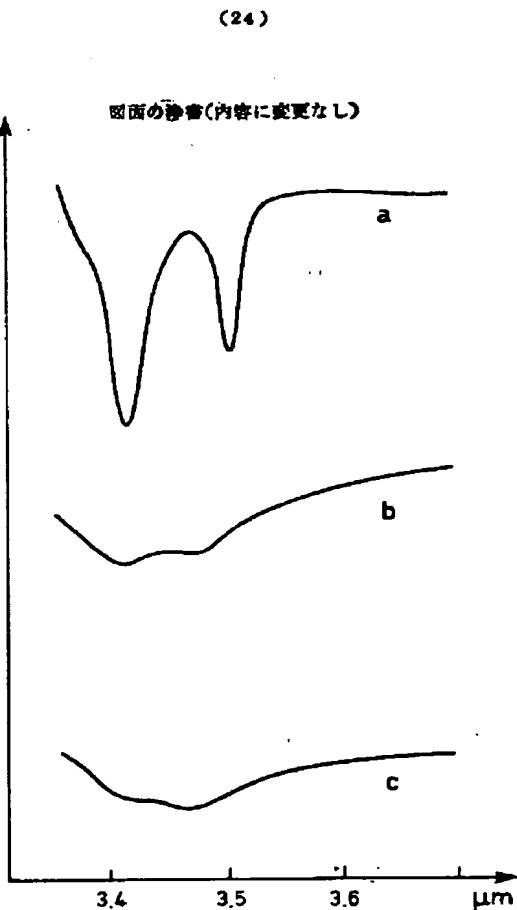
特開昭55-104740(?)  
各パラメータに対して、同一保存剤を含む10個の試料の各4群について平均を計算し、平均した結果を時間のグラフに記入した。

その結果、Gerber 法は、特徴を傾向を示さなかつたが、他方において、ピーク-ピークの変化は約 0.04 % というかなりな変化を示した。5.7 μm における測定では、逐日変化がより少なく、25日間に明かな傾向を示さなかった。

本発明の方法の 3.5 μm における測定では、逐日変化が極めて少なく、25日間に 0.02 % と極めて僅かな増加の傾向を示した。

この試験のもっとも興味ある結果は、遊離脂肪酸の含量が極めて大きい極く少數の試料は 5.7 μm における測定では従来の経験によれば約 0.45 % の著しい減少を示し、他方本発明による 3.5 μm における測定では僅かに 0.04 % の増加を示したに止まつた。換言すれば、この点においても本発明の方法は従来技術に対して極めて改良したものであることを示すものである。

#### 4. 図面の簡単な説明



## 手続補正書(方式)

昭和55年3月10日

特許庁長官 川原 雄 嶽

## 1. 事件の表示

昭和54年 特許願 第157517号

## 2. 発明の名称

脂肪含有試料中の脂肪定量法

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 アクティーベルスカブ エヌ. フォス エレクトリック

## 4. 代理人

住所 東京都港区虎ノ門一丁目8番10号 海光虎ノ門ビル  
〒105 電話(504)0721氏名 弁理士(6579) 寺木 朝 印鑑  
(外 3名)5. 補正命令の日付  
昭和55年3月10日(発送日)

(2)

## 6. 補正の対象

(1) 願書の「出願人の代表者」の欄

(2) 委任状

(3) 図面

## 7. 補正の内容

(4)(5) 別紙の通り

(6) 図面の序文(内容を変更なし)

## 8. 添附書類の目録

(1) 訂正履歴

1 通

(2) 委任状及び訳文

各 1 通

(3) 図面

1 通

特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 昭和54年特許願第157517号(特開昭  
 55-104740号 昭和55年8月11日  
 発行公開特許公報55-1048号掲載)につ  
 いては特許法第17条の2の規定による補正があつ  
 たので下記のとおり掲載する。

Int.Cl.	識別 記号	府内整理番号
G01N 21/35		7458 2G

## 手 説 补 正 書

昭和55年11月14日

特許庁長官 島 田 春 横

## 1. 事件の表示

昭和54年特許願 第157517号

## 2. 発明の名称

脂肪含有試料中の脂肪定量法

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 アクティーゼルスカプ エヌ.エス.エクトリック

## 4. 代理人

住所 〒105 東京都港区虎ノ門一丁目8番10号

新光虎ノ門ビル 電話(504) 0721

氏名 井澤士(6579) 木 木 朝

(外3名)

## 5. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」の削

## 6. 補正の内容

明細書「特許請求の範囲」を削除のとおり補正する。

## 7. 本件書類の目録

補正特許請求の範囲 1通



## 2. 特許請求の範囲

1. 試料に赤外線を通過させて、炭素-水素結合の特性吸収帯で試料の赤外吸収を測定し、この測定にもとづいて試料の脂肪含有量を選択的かつ定量的に評価する、赤外吸収技術による、脂肪含有試料中の脂肪定量法。

2. 炭素-水素結合の赤外特性吸収を測定する波長が3.35～2.51μmの帯域である、特許請求の範囲第1項記載の脂肪定量法。

3. 炭素-水素結合の赤外特性吸収帯の半値幅が約3.5nmである、特許請求の範囲第1または2項記載の脂肪定量法。

4. 炭素-水素結合の赤外特性吸収帯の波長範囲が3.475～3.51μmである、特許請求の範囲第3項記載の脂肪定量法。

5. 赤外吸収を二つの異なる波長、すなわちその一つは炭素-水素結合の特性吸収帯、他の一つは測定する参照波長で測定する、特許請求の範囲第1ないし4項のいずれかに記載の脂肪定量法。

6. 前記参照波長が3.51～4.00μmの範囲

である、特許請求の範囲第5項記載の脂肪定量法。

7. 前記参照波長が3.51～3.60μmの範囲である、特許請求の範囲第6項記載の脂肪定量法。

8. 測定結果に影響する、試料中の他の成分からの望ましくない影響を補償する、特許請求の範囲第1ないし7項のいずれかに記載の脂肪定量法。

9. 炭素-水素結合を有する、試料中の他の成分からの望ましくない影響を補償する、特許請求の範囲第8項記載の脂肪定量法。

10. 試料中の他の成分からの望ましくない影響の補償は、前記他の成分の濃度を測定してはじめ設定した、前記他の成分の濃度と測定結果に与える影響との関係にもとづいて、測定結果に与える他の成分の影響を補償する、特許請求の範囲第8項記載の脂肪定量法。

11. 前記試料が液体試料である、特許請求の範囲第1ないし10項のいずれかに記載の脂肪定量法。

12. 前記試料が脂肪-水乳液でもある、特許請求の範囲第11項記載の脂肪定量法。

昭 56.2.27 発行

13. 前記試料が乳または乳製品である、特許請求の範囲第1-2項記載の脂肪定量法。
14. 前記乳製液中の脂肪粒の平均体積が多くとも  $1.4 \times 10^{-3}$  ミリリットルである、特許請求の範囲第1-2項記載の脂肪定量法。
15. 前記乳製液中の脂肪粒の平均体積が多くとも  $4 \times 10^{-3}$  ミリリットルである、特許請求の範囲第1-4項記載の脂肪定量法。

以下余白

(3)